

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2001-98170

(P2001-98170A)

(43) 公開日 平成13年4月10日 (2001.4.10)

APR. 10, 2001

(51) Int.Cl.⁷

識別記号

F I

テマコード (参考)

C 0 8 L 101/14

C 0 8 L 101/14

B 0 1 J 20/26

B 0 1 J 20/26

D

// (C 0 8 L 101/14
101:00)

(C 0 8 L 101/14
101:00)

審査請求 未請求 請求項の数 8 O L (全 14 頁)

(21) 出願番号 特願2000-222984 (P2000-222984)

(22) 出願日 平成12年7月24日 (2000.7.24)

(31) 優先権主張番号 特願平11-210222

(32) 優先日 平成11年7月26日 (1999.7.26)

(33) 優先権主張国 日本 (J P)

(71) 出願人 000004628

株式会社日本触媒

大阪府大阪市中央区高麗橋4丁目1番1号

(72) 発明者 初田 卓己

兵庫県姫路市網干区興浜字西沖992番地の

1 株式会社日本触媒内

(72) 発明者 木村 一樹

兵庫県姫路市網干区興浜字西沖992番地の

1 株式会社日本触媒内

(74) 代理人 100073461

弁理士 松本 武彦

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 吸水剤組成物およびその用途

(57) 【要約】

【課題】 吸水剤組成物と親水性繊維を含んでなる吸収物品において、該吸水剤組成物を高濃度に含んでなる部分が過通液緩衝効果を発現する吸水剤組成物およびその用途を提供する。

【解決手段】 架橋重合体の表面近傍がさらに架橋された吸水性樹脂と過通液緩衝剤からなる吸水剤組成物であって、該吸水剤組成物の通液緩衝指数が0.4以上、加圧下吸収体内吸収倍率が25g/g以上であり、かつ、その平均粒径が200μm~600μm、粒径106μm未満の粒子の割合が5重量%以下であることを特徴とする吸水剤組成物。この吸水剤組成物を、例えば吸水剤組成物と親水性繊維を含んでなる吸収物品に用いる。

【特許請求の範囲】

【請求項1】架橋重合体の表面近傍がさらに架橋される吸水性樹脂と過通液緩衝剤とを含む吸水剤組成物であって、該吸水剤組成物は、その通液緩衝指数が0.4以上、加圧下吸収体内吸収倍率が25g/g以上であり、かつ、その平均粒径が200 μ m~600 μ m、粒径106 μ m未満の粒子の割合が5重量%以下であることを特徴とする、吸水剤組成物。

【請求項2】吸水剤組成物の無加圧下吸収倍率が35g/g以上である、請求項1に記載の吸水剤組成物。

【請求項3】吸水剤組成物の通液緩衝指数が0.5以上である、請求項1または2に記載の吸水剤組成物。

【請求項4】吸水剤組成物の加圧下吸収体内吸収倍率が30g/g以上である、請求項1から3までのいずれかに記載の吸水剤組成物。

【請求項5】吸水性樹脂は、無加圧下吸収倍率が37g/g以上、加圧下吸収倍率が32g/g以上である、請求項1から4までのいずれかに記載の吸水剤組成物。

【請求項6】吸水性樹脂100重量部に対して過通液緩衝剤が0.001~20重量部である、請求項1から5までのいずれかに記載の吸水剤組成物。

【請求項7】過通液緩衝剤は、その平均粒径が吸水性樹脂の平均粒径の1/5以下である、請求項1から6までのいずれかに記載の吸水剤組成物。

【請求項8】請求項1から7までのいずれかに記載の吸水剤組成物を含んでなる吸収物品。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は吸水剤組成物およびその用途に関するものである。

【0002】

【従来の技術】近年、大量の水を吸収させることを目的として、紙おむつや生理用ナプキン、失禁パット等の衛生材料を構成する材料の一つに吸水性樹脂等の吸水剤が幅広く利用されている。また衛生材料以外にも、土壌保水剤ならびに食品等のドリップシート等、吸水、保水を目的として吸水性樹脂等の吸水剤が広範囲に利用されている。上記の吸水剤としては、例えば、ポリアクリル酸部分中和架橋体、デンプン-アクリル酸グラフト重合体の中和物、酢酸ビニル-アクリル酸エステル共重合体のケン化物、アクリロニトリル共重合体もしくはアクリルアミド共重合体の加水分解物またはこれらの架橋体、カチオン性モノマーの架橋重合体等が知られている。

【0003】そして、上記衛生材料等上記吸水剤を用いるためには、体液等の水性液体に接した際の高い吸収倍率や吸収速度、加圧下での高い吸収倍率や通液性等の特性（吸収特性）を備えていることが望まれている。そして従来より、これら吸収特性の中から種々の特性を併せ持ち、衛生材料に用いられた場合に、優れた性能を示す吸水剤が種々提案されている。さらに、これらの吸水

剤とパルプ等の親水性繊維からなる吸収物品も、吸水剤と同様に、体液等の水性液体が吸収体に注入された際の高い吸収量、加圧下での高い吸収量、吸収体全体に広がる拡散性に優れていることが望まれている。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】吸収体全体への体液等の水性液体の拡散性は、親水性繊維の毛管現象が大きく関わっている。即ち、主に吸水剤と親水性繊維とからなる吸収物品における吸水剤の濃度（以下、樹脂濃度と称する）は、従来、20~50重量%程度であり、この範囲の吸水剤を有する吸収物品の水性液体拡散性は、親水性繊維の毛管現象による拡散が支配的である。そのため、上記のような衛生材料中の吸収体は、一度に吸収体に注入される水性液体が多いと、吸収体中の水性液体の拡散速度に吸水剤の吸水速度が追いつかず、吸収物品端部から漏れてしまうという問題を有している。

【0005】よって本発明の課題は、吸水剤組成物と親水性繊維を含んでなる吸収物品中において、該吸水剤組成物を高濃度に含んでなる部分が過通液緩衝効果を発現する吸水剤組成物およびその用途を提供することにある。

【0006】

【課題を解決するための手段】上記問題点を解決すべく本発明者が種々検討した結果、吸水剤組成物の坪量（樹脂濃度）が高く、且つ、外力によって吸水剤組成物の粒子同士が密着している状態において、吸水剤組成物が水性液体と接した際の水性液体の拡散を制御（過通液緩衝）することが重要であることを見出した。上記の水性液体の拡散制御（過通液緩衝）は、通液緩衝指数という新規な物性値を導入することにより評価することができる。そして、以下の様な特性を示す吸水剤組成物により上記課題を解決できることを見出し、本発明を完成させるに至った。即ち、

（1）吸水剤組成物と親水性繊維からなる吸収物品中で、吸水剤組成物は優れた吸水特性を示す。

【0007】（2）吸水剤組成物は通液緩衝指数が高く、高樹脂濃度では水性液体の拡散を適切に制御し、抑える（過通液緩衝）ことができる。

（3）上記（1）に記載の吸収物品の周辺部に、高樹脂濃度含有部分を配置することにより、一度に多量の水性液体が吸収物品に注入された際の吸収物品端部からの漏れを防ぐことができる。

従って本発明は、架橋重合体の表面近傍がさらに架橋された吸水性樹脂と過通液緩衝剤を含んでなり、吸水剤組成物の通液緩衝指数が0.4以上であり、且つ、吸水剤組成物の加圧下吸収体内吸収倍率が25g/g以上であることを特徴とする吸水剤組成物に関するものである。また本発明は、該吸水剤組成物を含んでなる吸収物品に関する。

【0008】上記本発明の吸水剤組成物は、その平均粒

径が $200\mu\text{m}\sim 600\mu\text{m}$ であり、粒径 $106\mu\text{m}$ 未満の粒子の割合が5重量%以下である。

【0009】

【発明の実施形態】以下に本発明を詳しく説明する。本発明における通液緩衝指数とは、吸水剤組成物の坪量（樹脂濃度）が高く、且つ、外力によって吸水剤組成物の粒子同士が密着している状態において、吸水剤組成物が水性液体と接した際の水性液体の拡散抑制（過通液緩衝効果）を評価するための新規な物性値である。尚、本発明における、吸水剤組成物の通液緩衝指数、吸水剤組成物の加圧下吸収体内吸収倍率、吸水剤組成物または吸水性樹脂の無加圧下吸収倍率、吸水性樹脂の加圧下吸収倍率、および、吸水剤組成物または吸水性樹脂の平均粒径は、以下の方法で測定した。

【0010】（a）通液緩衝指数

まず、通液緩衝指数の測定に用いる測定装置について、図1を参照しながら以下に簡単に説明する。図1に示すように、測定装置は天秤1と、この天秤1上に載置された所定量の容器2と、外気吸入パイプ3と、導管4と、ガラスフィルタ6と、このガラスフィルタ6上に載置された測定部5とからなっている。上記の容器2は、その頂部に開口部2aを、その側面部に開口部2bをそれぞれ有しており、開口部2aに外気吸入パイプ3が嵌入される一方、開口部2bに導管4が取り付けられている。尚、容器2には、所定量の0.9重量%塩化ナトリウム水溶液（以下、生理食塩水と称す）11が入っている。

【0011】また、上記外気吸入パイプ3の下端部は、生理食塩水11中に没している。上記外気吸入パイプ3は、容器2内の圧力を実質的に一定（大気圧）に保つために設けられている。上記のガラスフィルタ6は、直径70mmに形成されている。そして、容器2およびガラスフィルタ6は、シリコン樹脂からなる導管4によって互いに連通している。また、ガラスフィルタ6の容器2に対する位置および高さは一定に保たれている。さらにガラスフィルタ6は、その上面が外気吸入パイプ3の下端に対してごく僅かに高い位置になるように固定されている。

【0012】上記測定部5は、濾紙7と、支持円筒8と、この支持円筒8の底部に貼着された金網9と、おもり10とを有している。上記測定部5は、ガラスフィルタ6上に、濾紙7、支持円筒8（つまり、金網9）がこの順に載置されるとともに、支持円筒8内部、即ち、金網9上におもり10が載置されてなっている。上記支持円筒8は、内径60mmに形成され、金網9は、ステンレスからなり、400メッシュ（目の大きさ $38\mu\text{m}$ ）に形成されている。そして、金網9上に、所定量の吸水剤組成物が均一に散布されるようになっている。また、おもり10は、金網9、即ち、吸水剤組成物に対して、 $20\text{g}/\text{cm}^2$ （約 1.9kPa ）の荷重を均一に加えることができるようになっている。

ることができるようになっている。

【0013】上記構成の測定装置を用いて通液緩衝指数を測定した。測定方法について以下に説明する。まず、容器2に所定量の生理食塩水11を入れる、容器2に外気吸入パイプ3を嵌入する、等の所定の準備動作を行った。次に、ガラスフィルタ6上に濾紙7を載置した。一方、この載置動作に並行して、支持円筒8内部、即ち、金網9上に、0.9gの吸水剤組成物を均一に散布し、この吸水剤組成物上におもり10を載置した。そして、濾紙7上に、金網9、つまり、吸水剤組成物およびおもり10を載置した上記支持円筒8を、その中心部がガラスフィルタ6の中心部に一致するようにして載置した。

【0014】そして、濾紙7上に支持円筒8を載置した時点から、60分間にわたって経時的に、該吸水剤組成物が吸水した生理食塩水11の重量 W_1 （g）を、天秤1の測定値から求めた。そして、上記の重量 W_1 （g）と、吸水剤組成物の重量（0.9g）から、次式通液緩衝指数 $=10 / (\text{重量} W_1 \text{ (g)} / \text{吸水剤組成物の重量 (g)})$ に従って、吸水開始から60分後の通液緩衝指数を算出した。この操作によって得られた通液緩衝指数は本発明の吸水剤組成物を吸収物品中に高樹脂濃度で用いた場合の過通液緩衝効果の程度を表す。

【0015】（b）吸水剤組成物の加圧下吸収体内吸収倍率

まず、吸水剤組成物の加圧下吸収体内吸収倍率の測定に用いる測定装置について、図2を参照しながら、以下に説明する。尚、説明の便宜上、前記通液緩衝指数の測定に用いる測定装置と同一の符号を付記し、その説明を省略する。図2に示すように、測定装置は、天秤1と、容器2と、外気吸入パイプ3と、導管4と、直径140mmに形成されたガラスフィルタ6と、このガラスフィルタ6上に載置された測定部12とからなっている。上記測定部12は、濾紙7と支持角筒13と、おもり10とを有している。尚、測定部12は、前記の金網は有していない。

【0016】測定部12は、ガラスフィルタ6上に、濾紙7、支持角筒13がこの順に載置されると共に、支持角筒13内部におもり10が載置されてなっている。支持角筒13は、内寸法が $100\text{mm} \times 100\text{mm}$ に形成されている。そして、支持角筒13内部に所定の大きさの吸収体が載置されるようになっている。また、おもり10は吸収体に対して $20\text{g}/\text{cm}^2$ （約 1.9kPa ）の荷重を均一に加えることができるようになっている。測定装置のその他の構成は、前記通液緩衝指数の測定に用いる測定装置の構成と同一である。上記構成の測定装置を用いて吸水剤組成物の加圧下吸収体内吸収倍率を測定した。測定方法について以下に説明する。尚、測定すべき吸収体は、下記の通り作成した。即ち、吸水剤組成物50重量部と、親水性繊維としての通常紙おむつ等の衛生材料に用いられる木材粉砕パルプ50重量部と

を、ミキサーを用いて乾式混合した。得られた混合物を100mm×100mmの大きさのウェブに成形した後、このウェブを圧力2kg/cm²(約196kPa)で1分間プレスすることにより、坪量が0.047g/cm²の吸収体を得た。

【0017】更に、吸収体中の親水性繊維単独の加圧下吸収量を測定するために、ブランクの吸収体を下記の通り作成した。即ち、親水性繊維としての木材粉碎パルプを100mm×100mmの大きさのウェブに成形した後、このウェブを圧力2kg/cm²(約196kPa)で1分間プレスすることにより、坪量が0.0235g/cm²の吸収体を得た。まず、測定装置については、所定の準備動作を行った。次に、ガラスフィルタ6上に濾紙7を載置した。次いで、濾紙7上に支持角筒13を、その中心部がガラスフィルタ6の中心部に一致するようにして載置した。

【0018】その後、支持角筒13内部、即ち、濾紙7上に吸収体を載置し、この吸収体上におもり10を載置した。尚、吸収体およびおもり10の載置動作は、素早く行った。そして、濾紙7上に吸収体を載置した時点から、60分間にわたって吸収体が吸収した生理食塩水11の重量を天秤1を用いて測定した。尚、吸水剤組成物と親水性繊維の混合物の吸収体が吸収した生理食塩水11の重量をW₂(g)、親水性繊維単独の吸収体が吸収した生理食塩水11の重量をW₃(g)とする。そして、上記の重量W₂、W₃から、次式

$$\text{吸水剤組成物の加圧下吸収体内吸収倍率 (g/g)} = \frac{\text{重量}W_2\text{ (g)} - \text{重量}W_3\text{ (g)}}{\text{吸水剤組成物の重量 (g)}}$$

に従って、吸収開始から60分後の、吸水剤組成物の加圧下吸収体内吸収倍率(g/g)を算出した。

【0019】この操作によって得られた吸水剤組成物の加圧下吸収体内吸収倍率は、本発明の吸水剤組成物を吸水物品中に用いた場合の実際の吸収倍率の程度を表す。

(c) 無加圧下吸収倍率

吸水剤組成物(あるいは吸水性樹脂)0.2gを不織布製の袋(60mm×60mm)に均一に入れ、生理食塩水中に室温で浸漬した。30分後に袋を引き上げ、遠心分離機を用いて250G(250cm/s²)で3分間水切りを行った後、袋の重量W₄(g)を測定した。また、同様の操作を吸水剤組成物(あるいは吸水性樹脂)を用いないで行い、そのときの重量W₅(g)を測定した。そして、これら重量W₄、W₅から、次式

$$\text{無加圧下吸収倍率 (g/g)} = \frac{\text{重量}W_4\text{ (g)} - \text{重量}W_5\text{ (g)}}{\text{吸水剤組成物 (あるいは吸水性樹脂) の重量 (g)}}$$

に従って無加圧下吸収倍率(g/g)を算出した。

【0020】(d) 吸水性樹脂の加圧下吸収倍率

前記通液緩衝指数の測定において、吸収剤組成物に代えて吸水性樹脂を用いる以外は同じ操作を行ない、生理食

塩水11の重量W₆(g)を、天秤1の測定値から求めた。そして、上記重量W₆(g)と吸水性樹脂の重量(0.9g)から次式

$$\text{吸水性樹脂の加圧下吸収倍率 (g/g)} = \frac{\text{重量}W_6\text{ (g)}}{\text{吸水性樹脂の重量 (g)}}$$

に従って、吸水開始から60分後の加圧下吸収倍率を算出した。

【0021】(e) 平均粒径

吸水剤組成物、吸水性樹脂および吸水性樹脂前駆体の粒度分布を、目開きがそれぞれ850μm、600μm、500μm、425μm、300μm、150μm、106μm、および受け皿からなるJIS標準篩を用いて測定した。そして、その粒度分布と篩目開きの値から、対数正規分布線図を用いて平均粒径D₅₀を求めた。また、粒子が狭い単粒度(例えば500μm~425μmに分級した粒度)で、粒子の上下限の間に複数のJIS標準篩が存在しない場合、その上下限の平均値(上記例示では463μm)を平均粒径とした。

【0022】本発明にかかる吸水剤組成物を得る手段としては、特に限定されるものではなく、用途に応じて適宜設定可能であるが、具体的には、親水性不飽和単量体を重合して得られる架橋重合体の表面近傍をさらに架橋して吸水性樹脂を得た後、得られた吸水性樹脂に過通液緩衝剤を混合することによって得られる。ここでいう架橋重合体とは、すなわち吸水性樹脂前駆体である。本発明の吸水剤組成物を構成する吸水性樹脂としては、例えば、カルボキシル基を含有する親水性架橋重合体が好ましい。該親水性架橋重合体は、例えば、アクリル酸および/またはその塩を主成分とする親水性不飽和単量体を(共)重合(以下、単に重合と記す)させることによって得られる。そして、該親水性架橋重合体のうち、ポリアクリル酸塩の架橋重合体がさらに好ましい。また、ポリアクリル酸塩の架橋重合体は、該架橋重合体中の酸基のうち、50~90モル%が、例えば、アルカリ金属塩やアンモニウム塩、アミン塩等によって中和されていることがより好ましい。この酸基の中和は、該架橋重合体を得る前の親水性不飽和単量体を調製する段階で予め中和しておいてから重合反応を開始してもよく、また、重合中あるいは重合反応終了後に得られた該架橋重合体の酸基を中和してもよい。

【0023】上記の親水性不飽和単量体は、必要に応じて、アクリル酸およびその塩以外の不飽和単量体(以下、他の単量体と記す)を含有していてもよい。他の単量体としては、具体的には、例えば、メタクリル酸、マレイン酸、ビニルスルホン酸、スチレンスルホン酸、2-(メタ)アクリルアミド-2-メチルプロパンスルホン酸、2-(メタ)アクリロイルエタンスルホン酸、2-(メタ)アクリロイルプロパンスルホン酸等の、アニオン性不飽和単量体およびその塩;アクリルアミド、メタクリルアミド、N-エチル(メタ)アクリルアミド、

N-n-プロピル(メタ)アクリルアミド、N-イソプロピル(メタ)アクリルアミド、N,N-ジメチル(メタ)アクリルアミド、2-ヒドロキシエチル(メタ)アクリレート、2-ヒドロキシプロピル(メタ)アクリレート、メトキシポリエチレングリコール(メタ)アクリレート、ポリエチレングリコールモノ(メタ)アクリレート、ビニルピリジン、N-ビニルピロリドン、N-アクリロイルピペリジン、N-アクリロイルピロリジン等の、ノニオン性の親水基含有不飽和単量体；N,N-ジメチルアミノエチル(メタ)アクリレート、N,N-ジエチルアミノエチル(メタ)アクリレート、N,N-ジメチルアミノプロピル(メタ)アクリレート、N,N-ジメチルアミノプロピル(メタ)アクリルアミド、および、これらの四級塩等の、カチオン性不飽和単量体；等が挙げられるが、特に限定されるものではない。これら他の単量体を併用する場合の使用量は、親水性不飽和単量体全体の30モル%以下が好ましく、10モル%以下がより好ましい。

【0024】親水性不飽和単量体を重合させて得られる吸水性樹脂前駆体は、カルボキシル基を有している。該吸水性樹脂前駆体を得る際には、内部架橋剤を用いて架橋構造を内部に導入することが望ましい。上記の内部架橋剤は、重合性不飽和基および／またはカルボキシル基と反応し得る反応性基を一分子中に複数有する化合物であればよく、特に限定されるものではない。つまり、内部架橋剤は、親水性不飽和単量体と共重合および／または反応する置換基を一分子中に複数有する化合物であればよい。尚、親水性不飽和単量体は、内部架橋剤を用いなくとも架橋構造が形成される自己架橋型の化合物からなっているもよい。

【0025】内部架橋剤としては、具体的には、例えば、N,N'-メチレンビス(メタ)アクリルアミド、(ポリ)エチレングリコールジ(メタ)アクリレート、(ポリ)プロピレングリコールジ(メタ)アクリレート、トリメチロールプロパントリ(メタ)アクリレート、トリメチロールプロパンジ(メタ)アクリレート、グリセリントリ(メタ)アクリレート、グリセリンアクリレートメタアクリレート、エチレンオキシド変性トリメチロールプロパントリ(メタ)アクリレート、ペンタエリスリトールテトラ(メタ)アクリレート、ジペンタエリスリトールヘキサ(メタ)アクリレート、トリアリルシアヌレート、トリアリルイソシアヌレート、トリアリルホスフェート、トリアリルアミン、ポリ(メタ)アリロキシアルカン、(ポリ)エチレングリコールジグリシジルエーテル、グリセロールジグリシジルエーテル、エチレングリコール、ポリエチレングリコール、プロピレングリコール、グリセリン、ペンタエリスリトール、エチレンジアミン、ポリエチレンジアミン、グリシジル(メタ)アクリレート等が挙げられるが、特に限定されるものではない。これらの内部架橋剤は、一種類のみを用い

てもよく、また、二種類以上を併用してもよい。そして、上記例示の内部架橋剤のうち、重合性不飽和基を一分子中に複数有する内部架橋剤を用いることにより、得られる吸水剤組成物の吸収特性等をより一層向上させることができる。

【0026】内部架橋剤の使用量は、親水性不飽和単量体に対して、0.005~3モル%の範囲内がより好ましく、0.01~1.5モル%の範囲内がさらに好ましい。内部架橋剤の使用量が0.005モル%よりも少ない場合、並びに、3モル%よりも多い場合には、所望の吸水特性を備えた吸水剤組成物が得られない恐れがある。尚、親水性不飽和単量体を重合させて吸水性樹脂前駆体を得る際には、親水性高分子をグラフト重合させてもよく、また、反応溶液中に次亜リン酸(塩)等の連鎖移動剤；水溶性もしくは水分散性の界面活性剤等を添加してもよい。

【0027】親水性不飽和単量体の重合方法は、特に限定されるものではなく、例えば、水溶液重合、逆相懸濁重合、バルク重合、沈殿重合等の公知の方法を採用することができる。このうち、重合反応の制御の容易さ、および、得られる吸水剤組成物の性能面から、親水性不飽和単量体を水溶液にして重合させる方法、即ち、水溶液重合および逆相懸濁重合が好ましい。上記重合方法における単量体成分の水溶液の濃度、即ち、水溶液中における単量体成分の割合は、特に限定されるものではないが、10重量%以上であることが好ましく、10~50重量%の範囲内であることがより好ましく、15~40重量%の範囲内であることがさらに好ましい。また、反応温度や反応時間等の反応条件は、用いる単量体成分の組成等に応じて適宜設定すればよく、特に限定されるものではない。

【0028】親水性不飽和単量体を重合させる際には、例えば、過硫酸カリウム、過硫酸ナトリウム、過硫酸アンモニウム、t-ブチルハイドロパーオキシド、過酸化水素、2,2'-アゾビス(2-アミジノプロパン)二塩酸塩等のラジカル重合開始剤；2-ヒドロキシ-2-メチル-1-フェニルプロパン-1-オン等のラジカル系光重合開始剤；紫外線や電子線等の活性エネルギー線；等を用いることができる。また、酸化性ラジカル重合開始剤を用いる場合には、例えば、亜硫酸ナトリウム、亜硫酸水素ナトリウム、硫酸第一鉄、L-アスコルビン酸等の還元剤を併用して、レドックス重合を行ってもよい。これら重合開始剤の使用量は、0.001~2モル%の範囲内が好ましく、0.01~0.5モル%の範囲内がより好ましい。

【0029】上記の重合方法によって得られる吸水性樹脂前駆体は、必要に応じて乾燥、粉碎、分級等の操作により、その粒径が調整される。吸水性樹脂前駆体は、球状、鱗片状、不定形破砕状、繊維状、顆粒状、棒状、略球状、扁平状等の種々の形状であってもよい。吸水性樹

脂前駆体を得る方法としては、吸水性樹脂前駆体を粉碎・分級等の操作を繰り返すことにより、平均粒径が200 μm ~600 μm の範囲内で、しかも、粒径が106 μm 未満の粒子の割合が5重量%以下となるように粒径を整えることである。粒径106 μm 未満の粒子の割合は3重量%以下となるようにすることが好ましく、1重量%以下となるようにすることがさらに好ましい。吸水性樹脂前駆体の平均粒径が600 μm を超えると、得られる吸水剤組成物の粗粒子が多くなり、吸収物品への実使用に際して、粗粒子が使用者に対して不快感を与えるため好ましくない。また、吸水性樹脂前駆体の平均粒径が200 μm 未満である場合、それに伴って生成する粒径が106 μm 未満の粒子の割合が増加するため好ましくない。また、吸水性樹脂前駆体の粒径が106 μm 未満の粒子の割合が5重量%を超える場合には、微粉が吸収体内の隙間を塞ぐことにより、吸水剤組成物の吸収体内吸収倍率が高い吸水剤組成物を得ることが困難になる恐れがある。特に、粒径が106 μm 未満の粒子の割合が5重量%を超える場合には、粉塵の発生がある為、作業衛生上も好ましくない。

【0030】本発明に用いられる吸水性樹脂前駆体の表面近傍がさらに架橋された吸水性樹脂は、上記の吸水性樹脂前駆体粒子を、表面架橋剤の存在下に処理し、表面架橋することによって得ることができる。表面架橋は、該吸水性樹脂前駆体を、後述する第一表面架橋剤あるいは第二表面架橋剤のどちらか一方を用いるか、あるいは第一表面架橋剤および第二表面架橋剤を組み合わせる表面架橋剤（後述する）の存在下で加熱する方法等が挙げられる。なかでも第一表面架橋剤および第二表面架橋剤を組み合わせる表面架橋剤の存在下で表面処理することが好ましい。上記の表面架橋により、吸水性樹脂粒子の表面近傍の架橋密度を内部よりも高くすることができるので、吸水剤組成物の吸収体内吸収倍率が高い吸水剤組成物を得ることができる。

【0031】表面架橋剤は、吸水性樹脂前駆体が有するカルボキシル基と反応可能な化合物であり、溶解度パラメータ（SP値）が互いに異なる第一表面架橋剤および第二表面架橋剤を組み合わせたものが好ましい。尚、上記の溶解度パラメータとは、化合物の極性を表すファクターとして一般に用いられる値である。本発明においては、上記の溶解度パラメータに対して、ポリマーハンドブック第3版（WILEY INTERSCIENCE社発行）527頁~539頁に記載されている溶媒の溶解度パラメータ δ （ cal/cm^3 ）^{1/2}の値を適用することとする。また、上記の頁に記載されていない溶媒の溶解度パラメータに関しては、該ポリマーハンドブックの524頁に記載されているSmallの式に、同525頁に記載されているHoyの凝集エネルギー一定数を代入して導かれる値を適用することとする。

【0032】上記の第一表面架橋剤は、吸水性樹脂前駆

体が有するカルボキシル基と反応可能な、溶解度パラメータが12.5（ cal/cm^3 ）^{1/2}（0.0256〔J/m³〕^{1/2}）以上の化合物が好ましく、13.0（ cal/cm^3 ）^{1/2}（0.0266〔J/m³〕^{1/2}）以上の化合物がより好ましい。上記の第一表面架橋剤としては、具体的には、例えば、エチレングリコール、プロピレングリコール、グリセリン、ペンタエリスリトール、ソルビトール、エチレンカーボネート（1,3-ジオキソラン-2-オン）、プロピレンカーボネート（4-メチル-1,3-ジオキソラン-2-オン）等が挙げられるが、これら化合物に限定されるものではない。これら第一表面架橋剤は、一種類のみを用いてもよく、また、二種類以上を併用してもよい。

【0033】上記の第二表面架橋剤は、吸水性樹脂前駆体が有するカルボキシル基と反応可能な、溶解度パラメータが12.5（ cal/cm^3 ）^{1/2}（0.0256〔J/m³〕^{1/2}）未満の化合物が好ましく、9.5（ cal/cm^3 ）^{1/2}（0.0194〔J/m³〕^{1/2}）~12.0（ cal/cm^3 ）^{1/2}（0.0246〔J/m³〕^{1/2}）の範囲内の化合物がより好ましい。上記の第二表面架橋剤としては、具体的には、例えば、ジエチレングリコール、トリエチレングリコール、テトラエチレングリコール、ジプロピレングリコール、トリプロピレングリコール、1,3-ブタンジオール、1,4-ブタンジオール、1,5-ペンタンジオール、2,4-ペンタンジオール、1,6-ヘキサンジオール、2,5-ヘキサンジオール、トリメチロールプロパン、ジエタノールアミン、トリエタノールアミン、エチレングリコールジグリシジルエーテル、ポリエチレングリコールジグリシジルエーテル、グリセロールポリグリシジルエーテル、ジグリセロールポリグリシジルエーテル、ポリグリセロールポリグリシジルエーテル、プロピレングリコールジグリシジルエーテル、ポリプロピレングリコールジグリシジルエーテル、エチレンジアミン、ジエチレントリアミン、トリエチレンテトラミン、2,4-トリレンジイソシアネート、4,5-ジメチル-1,3-ジオキソラン-2-オン、エピクロロヒドリン、エピプロモヒドリン等が挙げられるが、これら化合物に限定されるものではない。これら第二表面架橋剤は、一種類のみを用いてもよく、また、二種類以上を併用してもよい。

【0034】表面架橋剤の使用量は、用いる化合物やそれらの組み合わせ等にもよるが、吸水性樹脂前駆体の固形分100重量部に対して、第一表面架橋剤の使用量が0.01~5重量部の範囲内、且つ、第二表面架橋剤の使用量が0.001~1重量部の範囲内が好ましく、第一表面架橋剤の使用量が0.1~2重量部の範囲内、且つ、第二表面架橋剤の使用量が0.005~0.5重量部の範囲内がより好ましい。表面架橋剤の使用量が上記範囲を超える場合には、不経済となるばかりか、吸水性樹脂における最適な架橋構造を形成する上で、表面架橋

剤の量が過剰となる為、好ましくない。また、表面架橋剤の使用量が上記範囲よりも少ない場合には、吸水剤組成物の加圧下吸収体内吸収倍率が高い吸水剤組成物を得ることが困難になる恐れがある。

【0035】 吸水性樹脂前駆体と表面架橋剤とを混合する際には、溶媒として水を用いることが好ましい。水の使用量は、吸水性樹脂前駆体の種類や粒径等にもよるが、吸水性樹脂前駆体の固形分100重量部に対して、0を超え、20重量部以下が好ましく、0.5~10重量部の範囲内がより好ましい。また、吸水性樹脂前駆体と表面架橋剤とを混合する際には、必要に応じて、溶媒として親水性有機溶媒を用いてもよい。上記の親水性有機溶媒としては、具体的には、例えば、メチルアルコール、エチルアルコール、*n*-プロピルアルコール、イソプロピルアルコール、*n*-ブチルアルコール、イソブチルアルコール、*t*-ブチルアルコール等の低級アルコール類；アセトン等のケトン類；ジオキサン、テトラヒドロフラン、アルコキシポリエチレングリコール等のエーテル類；*N,N*-ジメチルホルムアミド等のアミド類；ジメチルスルホキシド等のスルホキシド類等が挙げられる。親水性有機溶媒の使用量は、吸水性樹脂前駆体の種類や粒径等にもよるが、吸水性樹脂前駆体の固形分100重量部に対して20重量部以下が好ましく、0.1~10重量部の範囲内がより好ましい。

【0036】そして、吸水性樹脂前駆体と表面架橋剤とを混合する際には、例えば、前記例示の親水性有機溶媒に吸水性樹脂前駆体を分散させた後、表面架橋剤を混合してもよいが、混合方法は、特に限定されるものではない。種々の混合方法のうち、必要に応じて水および／または親水性有機溶媒に溶解させた表面架橋剤を、吸水性樹脂前駆体に直接、噴霧もしくは滴下して混合する方法が好ましい。吸水性樹脂前駆体と表面架橋剤を混合する際に用いられる混合装置（以下、混合装置aと記す）は、両者を均一且つ確実に混合する為に、大きな混合力を備えていることが望ましい。上記の混合装置aとしては、例えば、円筒型混合機、二重壁円錐型混合機、V字型混合機、リボン型混合機、スクリュウ型混合機、流動型炉ロータリーディスク型混合機、気流型混合機、双腕型ニーダー、内部混合機、粉碎型ニーダー、回転式混合機、スクリュウ型押出機、タービュライザー等が好適である。

【0037】 吸水性樹脂前駆体と表面架橋剤とを混合した後、加熱処理を行い、吸水性樹脂前駆体の表面近傍を架橋させて、吸水性樹脂を得る。上記加熱処理の処理温度は、用いる表面架橋剤にもよるが、材料温度もしくは熱媒温度が80℃以上、250℃以下が好ましい。処理温度が80℃未満の場合には、均一な架橋構造が形成されず、従って、吸水剤組成物の加圧下吸収体内吸収倍率が高い吸水剤組成物を得ることができない為、好ましくない。また、加熱処理に時間がかかるので、生産性の低

下を引き起こす。処理温度が250℃を超える場合には、吸水性樹脂前駆体の劣化を引き起こし、従って、吸水剤組成物の性能が低下する為、好ましくない。

【0038】 上記の加熱処理は、通常の乾燥機または加熱炉を用いて行うことができる。上記の乾燥機としては、例えば、溝型混合乾燥機、ロータリー乾燥機、ディスク乾燥機、流動層乾燥機、気流型乾燥機、赤外線乾燥機等が挙げられる。本発明にかかる吸水剤組成物に含まれる過通液緩衝剤としては、吸水剤組成物が水性液体と接触した際に吸水剤組成物の粒子同士が密着するなどし、粒子間の水性液体の流れを抑制する（過通液緩衝効果を発現する）ものであれば特に限定されるものではないが、該過通液緩衝剤1重量%水溶液（水溶性でない過通液緩衝剤については分散状態のまま測定）の25℃、pH=7、25rpm測定条件下でのBrookfield粘度計による粘度（以下1重量%水溶液粘度と称する）が、1Pa・s以上を示す微粒子であることが好ましく、5Pa・s以上を示す微粒子であることがより好ましく、10Pa・s以上を示す微粒子であることがさらに好ましい。1重量%水溶液粘度が1Pa・sより小さい微粒子は、過通液緩衝剤の添加量が多くなり、吸水性樹脂との混合時に均一混合性の低下を引き起こす為、好ましくない。具体的には、例えば、カルボキシメチルセルロース、ヒドロキシエチルセルロース、ヒドロキシプロピルセルロース等のセルロース誘導体、デンプン、デンプンの誘導体、ポリエチレンオキサ이드、ポリビニルピロリドン、ポリアクリル酸（塩）、ポリアクリル酸（塩）架橋体等の有機系微粒子が挙げられる。なかでも、ポリアクリル酸であることが好ましく、ゲル安定性向上の点から架橋型ポリアクリル酸であることがさらに好ましい。また、これらは1種類のみで用いてもよく、2種類以上を混合して用いてもよい。

【0039】 また、1重量%水溶液粘度が1Pa・sより小さい、例えば、ベントナイト、二酸化ケイ素、酸化チタン、酸化アルミニウム等の無機系微粒子を過通液緩衝剤として用いる場合には、原因は不明であるが、過通液緩衝剤を添加する前の吸水性樹脂の無加圧下吸収倍率を大きくし、ゲル強度を弱くすると、過通液緩衝効果が発現しやすくなる。しかしながら、過度に無加圧下吸収倍率を大きくすると、該吸水性樹脂の加圧下吸収倍率も低くなってしまう恐れがあり、吸水剤組成物の加圧下吸収体内吸収倍率が低くなってしまうため、好ましくない。従って、過通液緩衝剤を添加する前の吸水性樹脂としては、無加圧下吸収倍率と加圧下吸収倍率にバランスが必要であり、無加圧下吸収倍率が37g/g以上で且つ加圧下吸収倍率が32g/g以上である吸水性樹脂であることが好ましく、無加圧下吸収倍率が40g/g以上で且つ加圧下吸収倍率が32g/g以上である吸水性樹脂であることがより好ましく、無加圧下吸収倍率が42g/g以上で且つ加圧下吸収倍率が32g/g以上で

ある吸水性樹脂であることがさらに好ましい。

【0040】また、微粒子以外の形態を取る過通液緩衝剤として、高分子ポリカチオンを用いることもできる。具体的には、例えば、重量平均分子量2,000以上のポリエチレンイミンを挙げることができる。上記の過通液緩衝剤は1種類のみで用いてもよく、2種類以上を混合して用いてもよい。粒子状の過通液緩衝剤を用いる場合、その平均粒径および形状は、用途に応じて適宜設定することができるが、吸水剤組成物が高い通液緩衝指数を好適に発現するためには、その1次粒子または凝集物の平均粒径、特に1次粒子の平均粒径は、吸水性樹脂の平均粒径の1/5以下であることが好ましく、1/10以下であることがより好ましく、1/20以下であることがさらに好ましく、1/100以下であることが最も好ましい。過通液緩衝剤の粒径が小さいと、吸水性樹脂表面に過通液緩衝剤が吸着され易くなり、吸水剤組成物の微粉として分析されにくくなるため好ましい。過通液緩衝剤の平均粒径が吸水性樹脂の平均粒径の1/5よりも大きいと、過通液緩衝剤と水性液体とのなじみが悪くなり、過通液緩衝効果の発現に時間がかかる為、好ましくない。

【0041】吸水性樹脂と過通液緩衝剤の混合割合は、特に限定されるものではないが、吸水性樹脂100重量部に対して過通液緩衝剤0.001~20重量部の範囲内が好ましく、吸水性樹脂100重量部に対して過通液緩衝剤0.01~10重量部の範囲内がより好ましく、0.02~5重量%の範囲内がさらに好ましい。吸水性樹脂100重量部に対して過通液緩衝剤が0.001重量部よりも少ないと、後述する通液緩衝指数を向上させることができなくなる。また、吸水性樹脂100重量部に対して過通液緩衝剤が20重量部より多いと、20~50重量%の樹脂濃度を有する吸収体中で過通液緩衝効果が発現し、吸収体の吸水特性が低下してしまう。

【0042】吸水性樹脂と過通液緩衝剤とを混合する際に用いられる混合装置（以下、混合装置bと記す）としては、例えば、円筒型混合機、スクリュウ型混合機、スクリュウ型押出機、タービュライザー、ナウター混合機、V字型混合機、リボン型混合機、双腕型ニーダー、流動式混合機、気流型混合機、回転円盤型混合機、ロールミキサー、転動式混合機等が好適である。混合速度は、高速であってもよく、また、低速であってもよい。過通液緩衝剤と吸水性樹脂との混合方法は、ドライブレンド、ドライブレンド後に水造粒、ドライブレンド後に加熱溶融、該過通液緩衝剤を水溶液に分散してからの混合、前記例示の親水性有機溶媒を用いたエマルションの状態での混合等が挙げられる。なかでも、ドライブレンド、あるいは、ドライブレンド後に水または水と前記例示の親水性有機溶媒からなる水性液体を添加・混合して水造粒することが好ましい。また、前記例示の表面架橋剤に該過通液緩衝剤を溶解あるいは分散させて、吸水性

樹脂前駆体への表面処理剤の混合と同時に、過通液緩衝剤を添加してもよい。

【0043】このようにして得られた吸水剤組成物は、吸水剤組成物の通液緩衝指数が0.4以上が好ましく、0.5以上がより好ましく、0.6以上がさらに好ましく、0.7以上が最も好ましい。吸水剤組成物の通液緩衝指数が0.4より小さいと、該吸水剤組成物が水性液体の拡散を抑える効果（過通液緩衝効果）が現れない。そのため、該吸水剤組成物を高濃度に含んでなる吸収体部分を周辺部に配置しても、吸収体部分が過通液緩衝効果を発現することが困難になり、おむつ等の衛生材料に用いた時、端部から液漏れを起こしやすくなる。また、本発明の吸水剤組成物は、吸水剤組成物の加圧下吸収体内吸収倍率が25g/g以上が好ましく、28g/g以上がより好ましく、30g/g以上がさらに好ましい。吸水剤組成物の加圧下吸収体内吸収倍率が25g/gより低いと、おむつに用いた時のウェットバックが増加し、赤ちゃん（装着者）のおしりのドライネス感やサラサラ感に乏しいものとなる恐れがある為、好ましくない。

【0044】また、本発明の吸水剤組成物は、無加圧下吸収倍率が35g/g以上であることが好ましく、40g/g以上であることがさらに好ましい。吸収剤組成物の無加圧下吸収倍率が35g/gより低いと、上記吸水剤組成物の加圧下吸収体内吸収倍率が低くなってしまいうだけでなく、吸収物品において所望する吸収量を得るために多量の吸収剤組成物が必要になる。これは吸収体中の吸水剤組成物濃度が高くなることにつながり、水性液体の拡散を必要とする部分でも拡散が阻害されてしまうため、好ましくない。さらに、本発明の吸水剤組成物は、平均粒径が200μm~600μmの範囲内で、しかも、粒径が106μm未満の粒子の割合が5重量%以下であることが好ましく、粒径が106μm未満の粒子の割合が3重量%以下であることがより好ましく、粒径が106μm未満の粒子の割合が1重量%以下であることがさらに好ましい。吸水剤組成物の平均粒径が600μmを超えると粗粒子が多くなり、吸収物品への実使用に際して、粗粒子が使用者に対して不快感を与えるため好ましくない。また、吸水剤組成物の平均粒径が200μm未満である場合、それに伴って生成する粒径が106μm未満の粒子の割合が増加するため好ましくない。また、吸水剤組成物の粒径が106μm未満の粒子の割合が5重量%を超える場合には、微粉が吸収体内の隙間を塞ぐことにより、吸水剤組成物の加圧下吸収体内吸収倍率が低くなり、漏れの原因につながる恐れがある。特に、粒径が106μm未満の粒子の割合が5重量%を超える場合には、粉塵の発生がある為、作業衛生上も好ましくない。

【0045】図3は、本発明の一実施態様を示す図面である。吸収体31は親水性パルプ（親水性繊維）と本発

明の吸水剤組成物とを含む。該吸収体は側端部32、33と中央部34を有する吸収体であることが好ましい。該吸収体の側端部とは該吸収体の端からある一定の幅を持った外周部を指す。側端部は該吸収体の外周部全てであっても良く、また一部であっても良い。またその幅は、3cm以下が好ましく、2cm以下がより好ましく、1cm以下がさらに好ましい。該吸収体の中央部とは、該吸収体から上記側端部を除いた部分である。

【0046】上記側端部と中央部の樹脂濃度は、それぞれ特に限定されるものではないが、側端部と中央部の樹脂濃度に差があることが好ましい。側端部と中央部の樹脂濃度に差がある場合には、側端部の樹脂濃度が51～98重量%、中央部の樹脂濃度が5～50重量%であることが好ましく、側端部の樹脂濃度が61～90重量%、中央部の樹脂濃度が10～45重量%であることがより好ましく、側端部の樹脂濃度が71～80重量%、中央部の樹脂濃度が15～40重量%であることがさらに好ましい。尚、上記吸収体は、親水性繊維と本発明の吸水剤組成物を主成分とする混合物であれば、他に熱可塑性繊維、バインダー等を混合しても良く、特に限定されるものではない。

【0047】また、該吸収体の用途は特に限定されるものではないが、液透過性シート、液不透過性シート、テープファスナー等からなる吸収物品に使用されることが好ましい。該吸収体を吸収物品に使用すると、中央部から吸収された体液等の水性液体は側端部に拡散する。側端部は本発明の吸水剤組成物を高濃度で有するので、水性液体の拡散は抑えられ、側端部からの液漏れを防止する。本発明の吸水剤組成物は通液緩衝指数が0.4以上であり、且つ加圧下吸収体内吸収倍率が25g/g以上であって該吸水剤組成物の平均粒径が200 μ m～600 μ mの範囲内で、しかも、粒径が106 μ m未満の粒子の割合が5重量%以下であるので、上記構成の吸収物品を使い捨て紙おむつに用いれば、ウェットバックが少なく液漏れも少ない、装着者に不快感を与えない紙おむつとなる。

【0048】さらに、本発明の吸水剤組成物を用いた吸収物品は、水性液体吸収時に粒子間や粒子・繊維間に弱い結合が発現し、吸収物品の保形性にも優れていることが判明した。

【0049】

【実施例】以下、実施例および比較例によって本発明をさらに詳細に説明するが、本発明の範囲がこれらの実施例に限定されるものではない。

(実施例1) 中和率75モル%のアクリル酸ナトリウム(親水性不飽和単量体)35.5重量%水溶液5.500gに、内部架橋剤としてのポリエチレングリコールジアクリレート(エチレンオキシド平均付加モル数8)5.91gを溶解させて反応液とした。次に、この反応液を窒素ガス雰囲気下で30分間脱気した(この反応液

に窒素ガスを30分間吹き込むことによって該反応液中の溶存酸素を追い出した)。次いで、シグマ型羽根を2本有する内容積10Lのジャケット付ステンレス製双腕型ニーダーに蓋を取り付けて形成した反応器に、上記の反応液を供給し、反応液を30℃に保ちながら系を窒素ガスに置換した。

【0050】続いて、反応液を攪拌しながら、重合開始剤としての過硫酸ナトリウム2.87gおよびL-アスコルビン酸0.011gを添加したところ、およそ1分後に重合が開始した。そして、20～80℃で重合を行い、重合を開始してから60分後に反応を終了して含水ゲル状重合体を取り出した。得られた含水ゲル状重合体は、その径が約5mmに細分化されていた。この細分化された含水ゲル状重合体を50メッシュ(目開きの大きさ300 μ m)の金網上に広げ、170℃で65分間熱風乾燥した。次いで、乾燥物を振動ミルを用いて粉碎し、目開きの大きさが500 μ mと425 μ mの金網で分級することにより、500 μ m～425 μ mの粒径の吸水性樹脂前駆体を得た。

【0051】得られた吸水性樹脂前駆体100重量部にエチレングリコールジグリシジルエーテル0.03重量部と、プロピレングリコール1重量部と、水3重量部と、イソプロピルアルコール1重量部とからなる表面架橋剤水溶液を混合した。上記の混合物を205℃で40分間加熱処理することにより、吸水性樹脂を得た。得られた吸水性樹脂は500 μ m～425 μ mの粒径であった。上記の吸水性樹脂100重量部に過通液緩衝剤として架橋型アクリル酸ポリマー(商品名・カーボポール934P; B. F. Goodrich Company製; 1重量%水溶液粘度40,000cP(1cP=10⁻³Pa·s)[1重量%水溶液粘度40Pa·s])2.5重量部をドライブレンドすることにより、本発明にかかる吸水剤組成物を得た。

【0052】吸水剤組成物の無加圧下吸収倍率は36g/g、通液緩衝指数は0.5、吸水剤組成物の加圧下吸収体内吸収倍率は31g/gであった。また、得られた吸水剤組成物の粒径は表1に示す。

(実施例2) 実施例1において架橋型アクリル酸ポリマー(商品名・カーボポール934P; B. F. Goodrich Company製; 1重量%水溶液粘度40,000cP[1重量%水溶液粘度40Pa·s])を5重量部添加した他は、同様の操作を行った。得られた吸水剤組成物の無加圧下吸収倍率は36g/g、通液緩衝指数は0.8、吸水剤組成物の加圧下吸収体内吸収倍率は30g/gであった。また、得られた吸水剤組成物の粒径は表1に示す。

【0053】(実施例3) 実施例1において過通液緩衝剤として架橋型アクリル酸ポリマー(商品名・ジュンロンPW-150; 日本純薬株式会社製; 1重量%水溶液粘度95,000cP[1重量%水溶液粘度95Pa·s])

s))を2重量部添加した他は、同様の操作を行った。得られた吸水剤組成物の無加圧下吸収倍率は37 g/g、通液緩衝指数は0.5、吸水剤組成物の加圧下吸収体内吸収倍率は32 g/gであった。また、得られた吸水剤組成物の粒径は表1に示す。

(実施例4) 実施例3において過通液緩衝剤として架橋型アクリル酸ポリマー(商品名・ジュンロンPW-150; 日本純薬株式会社製; 1重量%水溶液粘度95.0 cP [1重量%水溶液粘度95 Pa·s])を5重量部添加した他は、同様の操作を行った。吸水剤組成物の無加圧下吸収倍率は38 g/g、通液緩衝指数は1、吸水剤組成物の加圧下吸収体内吸収倍率は30 g/gであった。また、得られた吸水剤組成物の粒径は表1に示す。

【0054】(実施例5) 実施例1で得た吸水性樹脂100重量部に過通液緩衝剤として架橋型アクリル酸ポリマー(商品名・カーボポール934P; B. F. Goodrich Company製; 1重量%水溶液粘度40.00 cP [1重量%水溶液粘度40 Pa·s])5重量部を添加・混合し、次いで、水3重量部とイソプロピルアルコール3重量部とからなる水溶液を混合し水造粒した。更に、この混合物を80℃で30分間硬化させ、600μmのふるいを通過させることにより、本発明の吸水剤組成物を得た。吸水剤組成物の無加圧下吸収倍率は38 g/g、通液緩衝指数は0.5、吸水剤組成物の加圧下吸収体内吸収倍率は31 g/gであった。また、得られた吸水剤組成物の粒径は表1に示す。

【0055】(比較例1) 上記の実施例1で得られた吸水性樹脂を、比較用の吸水剤(比較用吸水剤(1))とした。上記比較用吸水剤の諸性能を上記の方法によって測定した。その結果、吸水剤(比較用吸水剤(1))の無加圧下吸収倍率は37 g/g、通液緩衝指数は0.3、吸水剤の加圧下吸収体内吸収倍率は32 g/gであった。

(実施例6) 中和率75モル%のアクリル酸ナトリウム(親水性不飽和単量体)37重量%水溶液5.500gに、内部架橋剤としてのポリエチレングリコールジアクリレート(エチレンオキシドの平均付加モル数8)2.22gを溶解させて反応液とした。次に、この反応液を、窒素ガス雰囲気下で30分間脱気した(この反応液に窒素ガスを30分間吹き込むことにより該反応液中の溶存酸素を追い出した)。次いで、シグマ型羽根を2本有する内容積10Lのジャケット付きステンレス製双腕型ニーダーに蓋を取り付けて形成した反応器に、上記の反応液を供給し、反応液を25℃に保ちながら系を窒素ガス置換した。

【0056】続いて、反応液を攪拌しながら、重合開始剤としての過硫酸ナトリウム2.4gおよびL-アスコルビン酸0.12gを添加したところ、およそ1分後に重合が開始した。そして、25~95℃で重合を行い、

重合を開始してから40分後に反応を終了して含水ゲル状重合体を取り出した。得られた含水ゲル状重合体は、その径が約5mmに細分化されていた。この細分化された含水ゲル状重合体を50メッシュ(目開きの大きさ300μm)の金網上に広げ、170℃で70分間熱風乾燥した。次いで、乾燥物を振動ミルを用いて粉碎後、分級し、不定形破砕状の吸水性樹脂前駆体(a)を得た。

【0057】得られた吸水性樹脂前駆体(a)100重量部に、プロピレングリコール0.8重量部と、エチレングリコールジグリシジルエーテル0.03重量部、水2.5重量部、エチルアルコール0.8重量部とからなる表面架橋剤水溶液を混合した。上記の混合物を195℃で45分間加熱処理することにより吸水性樹脂(a)を得た。得られた吸水性樹脂(a)の無加圧下吸収倍率は46 g/g、加圧下吸収倍率は36 g/g、平均粒径は350μmであり、粒径が106μm未満の粒子の割合は1重量%であった。次に、上記の吸水性樹脂(a)100gに、過通液緩衝剤としての微粒子状の親水性二酸化ケイ素(商品名・アエロジル200(1次粒子の平均粒径約12nm); 日本アエロジル株式会社製)0.3gを添加・混合(ドライブレンド)することにより、本発明にかかる吸水剤組成物(6)を得た。得られた吸水剤組成物(6)の粒径は、吸水性樹脂(a)に対してほとんど変化せず、平均粒径は350μm、粒径が106μm未満の粒子の割合は1重量%であった。

【0058】そして、上記吸水剤組成物の諸性能を上記の方法によって測定した。その結果を表1に示す。

(実施例7) 上記の実施例6で得られた吸水性樹脂

(a)100gに、過通液緩衝剤としての微粒子状の疎水性二酸化ケイ素(商品名・アエロジルR972(1次粒子の平均粒径約16nm); 日本アエロジル株式会社製)0.1gを添加・混合(ドライブレンド)することにより、本発明にかかる吸水剤組成物(7)を得た。得られた吸水剤組成物(7)の粒径は、吸水性樹脂(a)に対してほとんど変化せず、平均粒径は350μm、粒径が106μm未満の粒子の割合は1重量%であった。

【0059】そして、上記吸水剤組成物の諸性能を上記の方法によって測定した。その結果を表1に示す。

(実施例8) 上記の実施例6で得られた吸水性樹脂

(a)100gに、過通液緩衝剤としての微粒子状のカチオン性を有する疎水性二酸化ケイ素(商品名・アエロジルRA200HS; 日本アエロジル株式会社製)0.2gを添加・混合(ドライブレンド)することにより、本発明にかかる吸水剤組成物(8)を得た。得られた吸水剤組成物(8)の粒径は、吸水性樹脂(a)に対してほとんど変化せず、平均粒径は350μm、粒径が106μm未満の粒子の割合は1重量%であった。

【0060】そして、上記吸水剤組成物の諸性能を上記の方法によって測定した。その結果を表1に示す。

(実施例9) 上記の実施例6で得られた吸水性樹脂

(a) 100 gに、過通液緩衝剤としての重量平均分子量10,000のポリエチレンイミン（商品名・エポミンSP-200；株式会社日本触媒製）1.5 gを添加・混合することにより、本発明にかかる吸水剤組成物（9）を得た。得られた吸水剤組成物（9）の平均粒径は380 μm 、粒径が106 μm 未満の粒子の割合は1重量%であった。

【0061】そして、上記吸水剤組成物の諸性能を上記の方法によって測定した。その結果を表1に示す。

（実施例10）中和率75モル%のアクリル酸ナトリウム（親水性不飽和単量体）33重量%水溶液5.500 gに、内部架橋剤としてのポリエチレングリコールジアクリレート（エチレンオキシドの平均付加モル数8）4.46 gを溶解させて反応液とした。次に、この反応液を、窒素ガス雰囲気下で30分間脱気した（この反応液に窒素ガスを30分間吹き込むことによって該反応液中の溶存酸素を追い出した）。次いで、シグマ型羽根を2本有する内容積10Lのジャケット付きステンレス製双腕型ニーダーに蓋を取り付けて形成した反応器に、上記の反応液を供給し、反応液を25℃に保ちながら系を窒素ガス置換した。

【0062】続いて、反応液を攪拌しながら、重合開始剤としての過硫酸アンモニウム2.4 gおよびL-アスコルビン酸0.12 gを添加したところ、およそ1分後に重合が開始した。そして、25～90℃で重合を行い、重合を開始してから40分後に反応を終了して含水ゲル状重合体を取り出した。得られた含水ゲル状重合体は、その径が約5 mmに細分化されていた。この細分化された含水ゲル状重合体を50メッシュ（目開きの大きさ300 μm ）の金網上に広げ、170℃で70分間熱風乾燥した。次いで、乾燥物を振動ミルを用いて粉砕後、分級し、不定形破砕状の吸水性樹脂前駆体（b）を得た。

【0063】得られた吸水性樹脂前駆体（b）100重量部に、プロピレングリコール0.7重量部と、エチレングリコールジグリシジルエーテル0.02重量部、水2重量部、エチルアルコール0.7重量部とからなる表面架橋剤水溶液を混合した。上記の混合物を185℃で40分間加熱処理することにより吸水性樹脂（b）を得た。得られた吸水性樹脂（b）の無加圧下吸収倍率は43 g/g、加圧下吸収倍率は32 g/g、平均粒径は430 μm であり、粒径が106 μm 未満の粒子の割合は3重量%であった。次に、上記の吸水性樹脂（b）100 gに、過通液緩衝剤としての微粒子状の親水性二酸化ケイ素（商品名・アエロジル200（1次粒子の平均粒径約12 nm）；日本アエロジル株式会社製）0.3 gを添加・混合（ドライブレンド）することにより、本発明にかかる吸水剤組成物（10）を得た。得られた吸水剤組成物（10）の粒径は、吸水性樹脂（b）に対してほとんど変化せず、平均粒径は430 μm 、粒径が10

6 μm 未満の粒子の割合は3重量%であった。

【0064】そして、上記吸水剤組成物の諸性能を上記の方法によって測定した。その結果を表1に示す。

（比較例2）中和率75モル%のアクリル酸ナトリウム（親水性不飽和単量体）37重量%水溶液4.400 gに、内部架橋剤としてのトリメチロールプロパントリアクリレート2.72 gを溶解させて反応液とした。次に、この反応液を、窒素ガス雰囲気下で30分間脱気した（この反応液に窒素ガスを吹き込むことによって該反応液中の溶存酸素を追い出した）。次いで、実施例6の反応器と同様の反応器に、上記の反応液を供給し、反応液を30℃に保ちながら系を窒素ガス置換した。

【0065】続いて、反応液を攪拌しながら、重合開始剤としての過硫酸ナトリウム1.1 gおよび亜硫酸ナトリウム1.1 gを添加したところ、およそ1分後に重合が開始した。そして、30～80℃で重合を行い、重合を開始してから40分後に反応を終了して含水ゲル状重合体を取り出した。得られた含水ゲル状重合体は、その径が約5 mmに細分化されていた。この細分化された含水ゲル状重合体を50メッシュ（目開きの大きさが300 μm ）の金網上に広げ、150℃で120分間熱風乾燥した。次いで、乾燥物をハンマーミルを用いて粉砕し、不定形破砕状の吸水性樹脂前駆体（c）を得た。

【0066】得られた吸水性樹脂前駆体（c）100重量部に、プロピレングリコール1重量部と、エチレングリコールジグリシジルエーテル0.05重量部、水3重量部、イソプロピルアルコール0.75重量部とからなる表面架橋剤水溶液を混合した。上記の混合物を175℃で40分間加熱処理することにより吸水性樹脂（c）を得た。得られた吸水性樹脂（c）の無加圧下吸収倍率は40 g/g、加圧下吸収倍率は32 g/g、平均粒径は350 μm であり、粒径が106 μm 未満の粒子の割合は8重量%であった。次に、上記の吸水性樹脂（c）100 gに、過通液緩衝剤としての微粒子状の親水性二酸化ケイ素（商品名・アエロジル200（1次粒子の平均粒径約12 nm）；日本アエロジル株式会社製）1 gを添加・混合（ドライブレンド）することにより、比較用吸水剤組成物（2）を得た。

【0067】得られた比較用吸水剤組成物（2）の粒径は、吸水性樹脂（c）に対してほとんど変化せず、平均粒径は350 μm 、粒径が106 μm 未満の粒子の割合は8重量%であった。そして、上記吸水剤組成物の諸性能を上記の方法によって測定した。その結果を表1に示す。

（実施例11）実施例1で得られた吸水剤組成物と通常紙おむつ等の衛生材料に用いられる木材粉砕パルプを用いて吸収体を作製した。該吸収体は、120 mm×400 mmの吸収体であって、幅1 cmの外周部分は吸水剤組成物濃度75重量%であり、100 mm×380 mmの中央部分は吸水剤組成物濃度50重量%であった。具

体的には、外周部分は吸水剤組成物75重量部と、親水性繊維としての木材粉碎パルプ25重量部とをミキサーで乾式混合し、得られた混合物を120mm×400mmの吸収体のうちの、幅1cmを持った外周部とすることで、該外周部分は坪量約0.094g/cm²のウェブとした。さらに、中央部分は吸水剤組成物50重量部と、親水性繊維としての木材粉碎パルプ50重量部とをミキサーで乾式混合し、得られた混合物を120mm×400mmの吸収体のうちの、100mm×380mmの中央部分とすることで、該中央部分は坪量約0.047g/cm²のウェブとした。このウェブを圧力2kg/cm²（約196kPa）で1分間プレスすることにより、吸収体を得た。

【0068】続いて、液不透過性のポリプロピレンからなり、いわゆるレッグギャザーを有するバックシート（液不透過性シート）、上記の吸収体、液透過性のポリプロピレンからなるトップシート（液透過性シート）を、両面テープを用いてこの順に粘着すると共に、この粘着物に2つのいわゆるテープファスナーを取り付けることにより、吸収物品（つまり、紙おむつ）（1）を得た。この吸収物品（1）の重量は51gであった。上記の吸収物品を、いわゆるキューピー人形（身長55cm、重量5kg）に装着し、該人形をうつ伏せ状態にした後、吸収物品と人形との間にチューブを差し込み、人体において排尿を行なう位置に相当する位置に、1回当たり50mlの生理食塩水を、20分間隔で順次注入した。そして注入した生理食塩水が吸収物品に吸収されなくなって漏れ出した時点で、上記の注入動作を終了し、注入回数を記録した。

【0069】その結果、注入回数は6回（総注入量300ml）であった。

（実施例12）実施例11において、実施例1で得られた吸水剤組成物に代えて、実施例6で得られた吸水剤組成物（6）を用いた以外は、実施例11と同様にして吸収物品（2）を得た。この吸収物品（2）の重量は51gであった。上記の吸収物品を用いて実施例11と同様の測定を繰り返した後、注入回数を記録した。その結果、注入回数は6回（総注入量300ml）であった。

（比較例3）実施例11において、実施例1で得られた吸水剤組成物に代えて、比較例1で得られた比較用の吸水剤（比較用吸水剤（1））を用いた以外は、実施例11と同様にして比較用吸収物品（1）を得た。この比較用吸収物品（1）の重量は51gであった。

【0070】上記の比較用吸収物品（1）を用いて実施例11と同様の測定を繰り返した後、注入回数を記録した。その結果、注入回数は5回（総注入量250ml）であった。

（比較例4）実施例11において、実施例1で得られた吸水剤組成物に代えて、比較例2で得られた比較用吸水剤組成物（2）を用いた以外は、実施例11と同様にして比較用吸収物品（2）を得た。この比較用吸収物品（2）の重量は51gであった。

【0071】上記の比較用吸収物品（2）を用いて実施例11と同様の測定を繰り返した後、注入回数を記録した。その結果、注入回数は5回（総注入量250ml）であった。

【0072】

【表1】

	無加圧下 吸収倍率 (g/g)	通液緩衝 指数	加圧下 吸収体内 吸収倍率 (g/g)	平均粒径 (μm)	106μm pass量 (重量%)
実施例1	36	0.5	31	463	0
実施例2	36	0.8	30	513	<1
実施例3	37	0.5	32	463	0
実施例4	38	1	30	513	<1
実施例5	38	0.5	31	513	0
実施例6	46	0.59	35.7	350	1
実施例7	46	0.61	35.2	350	1
実施例8	45	0.63	35.0	350	1
実施例9	43	0.67	32.0	380	1
実施例10	43	0.83	31.0	430	3
比較例1	37	0.3	32	463	0
比較例2	37	0.59	28.0	350	8

【0073】

【表2】

	注入回数	総注入量 (ml)
実施例11	8	300
実施例12	6	300
比較例3	5	250
比較例4	5	250

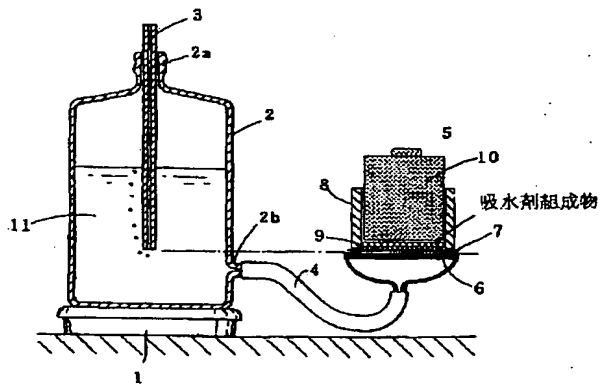
【0074】

【発明の効果】本発明にかかる吸水剤組成物は、吸収物品中で高い吸収倍率を示す。また、該吸水剤組成物の粒子同士が密着するような高濃度部分では高い過通液緩衝効果を示す。従って、一度に多量の水性液体が注入されても、吸収物品中の水性液体の拡散が速すぎることによる、吸収物品の端部からの水性液体の漏れを抑え、多量の水性液体を保持することができるという効果を奏する。本発明にかかる吸収物品は、本発明にかかる吸水剤組成物を用いているため、内部における吸水能力が極めて高いにもかかわらず、周辺部からの液漏れが起きにくい。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明にかかる吸水剤組成物の性能の1つを示す通液緩衝指数の測定に用いる測定装置の概略の断面図

【図1】



である。

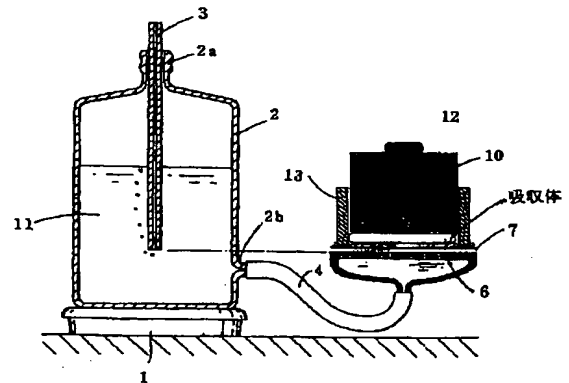
【図2】本発明にかかる吸水剤組成物の性能の1つを示す吸水剤組成物の加圧下吸収体内吸収倍率の測定に用いる測定装置の概略の断面図である。

【図3】本発明にかかる吸収体の該略図である。

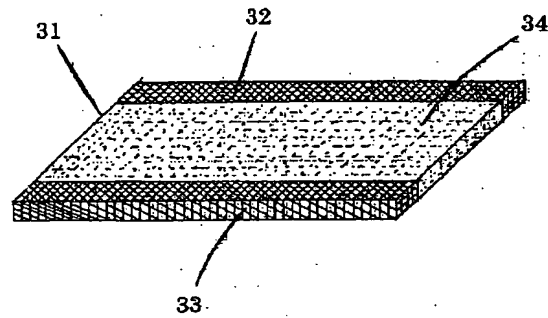
【符号の説明】

- 1 天秤
- 2 容器
- 3 外気吸入パイプ
- 4 導管
- 5 測定部
- 6 ガラスフィルタ
- 7 濾紙
- 8 支持円筒
- 9 金網
- 10 おもり
- 11 生理食塩水
- 12 測定部
- 13 支持角筒
- 31 吸収物品
- 32 側端部
- 33 側端部
- 34 中央部

【図2】



【図3】



フロントページの続き

(72)発明者 三宅 浩司
兵庫県姫路市網干区興浜字西沖992番地の
1 株式会社日本触媒内

(72)発明者 後藤 江利
兵庫県姫路市網干区興浜字西沖992番地の
1 株式会社日本触媒内

(72)発明者 和田 克之
兵庫県姫路市網干区興浜字西沖992番地の
1 株式会社日本触媒内